SNI 06-0659-1989

Standar Nasional Indonesia

Sirlak serpih untuk politur

ICS 87.060.30

Daftar isi

Halaman

Sirlak serpih untuk politur

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, syarat penandaan dan cara pengemasan sirlak serpih untuk politur.

2 Definisi

Sirlak seripih adalah sirlak alami yang diperoleh dari permurnian seed/ac dengan proses pemanasan atau proses pelarutan atau dengan kedua-duanya, berbentuk kepingan-kepingan tipis, rangup, berwarna kuning sampai kuning coklat.

CATATAN *"Seedlac"* diperoleh sebagai hasil dari sekresi serangga lak misalnya *Laccifer lacce kerr* dan *Tachardia lacca famili Coccidae* yang hidup pada berbagai pohon inang seperti kesambi *(Schleichera olessa Marr Acacia catehu)*, jamuju *(Cusonta australis R.Br)* dan sebagainya.

3 Syarat mutu

Syarat mutu sirlak serpih ialah seperti pada tabel di bawah ini.

Tabel 1 – Syarat Mutu Sirlak Serpih

Nomor Urut	Uraian	Persyaratan
1)	Kadar air	maksimum 2%
2)	Bilangan iod*	maksimum 20
3)	Bilangan asam*	maksimum 80
4)	Kadar bagian tak larut dalam etanol *	maksimum 1,5%
5)	Kadar bagian yang larut dalam air*	maksimum 0,5%
6)	Warna (Gardner)	maksimum 15 %
7)	Rosin	negatip
8)	Kopal	negatip
9)	Kadar malam (wax)*	maksimum 5,5%
10)	Kadar orpimen*	maksimum 0,03%
11)	Kadar abu*	maksimum 1,0 %
KETERANGAN * dihitung berdasarkan bahan kering.		

4 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sirlak serpih sesuai dengan $\frac{SNI 0428-1989-A}{SII 0426-1981}$, *Petunjuk Pengambilan Contoh Padatan.*

5 Cara uji

5.1 Kadar air

5.1.1 Prinsip

Pemanasan pada suhu 41 ± 1 °C selama 6 jam dan dilanjutkan dengan penyimpanan di dalam eksikator hampa udara (vakum) yang berisi H_2SO_4 pekat selama 18 jam.

5.1.2 Bahan

Asamsulfat pekat

5.1.3 Peralatan

- Pompa hampa udara (vakum)
- Pinggan gelas yang bertutup asah (diameter ± 100 mm)
- Eksikator hampa udara (vakum)
- Neraca dengan ketelitian 0,1 mg
- Lemari pengering.

5.1.4 Cara kerja

- Timbang dengan teliti ± 2 g contoh dalam pinggan gelas yang telah diketahui bobotnya
- Masukkan pinggan ke dalam lemari pengering pada suhu 41 ± 1°C selama 6 jam sambil dibuka tutupnya.
- Pindahkan pinggan ke dalam eksikator kemudian divakumkan dan simpan selama 18 jam.
- Buka eksikator, pinggan ditutup dan segera ditimbang.
- Perhitungan :

$$\text{Kadar air} = \left(1 - \frac{s_1}{s_2}\right) \times 100\ \%$$

Keterangan :

s_1 bobot contoh (g)

s_2 bobot sisa pemanasan (g)

5.2 Bilingan Iod

5.2.1 Prinsip

Menentukan derajat ketidak jenuhan dengan cara mereaksikan dengan jodium, yod berlebih ditentukan dengan tiosulfat.

5.2.2 Bahan

- Asam asetat glasial
- KI 10%
- 0,1 N $Na_2S_2O_3.5H_2O$

  Larutan wijs; dalam 1 liter asam asetat glasial dilarutkan 13 gram iod de-non bantuan pemanasan, lalu ke dalam larutan itu dialirkan gas klor tak mengandung HCl sehingga sejumlah klor yang setara terikat. Jika reaksi selesai ternyata warna coklat dari iod berubah menjadi warna coklat kemerah-merahan.

  Setelah itu larutan dipanaskan 10 menit pada suhu 100 ^{o}C, lalu dinginkan. Larutan disimpan dalam botol tertutup dan tidak boleh kena cahaya.

- Kloroform
- Kanji (amilum)

5.2.3 Peralatan

- Erlenmeyer bertutup asah 250 ml.

5.2.4 Persiapan contoh

Contoh digiling sehingga lobs saringan 2 mm kemudian dibagi 4. Dua bagian yang bersilangan diaduk dan digiling sehingga lobs saringan 0,4 – 0,7 mm. Kemudian diaduk.

5.2.5 Cara kerja

- Timbang dengan teliti ± 0,2 g contoh dan masukkan ke dalam Erlenmeyer.
- Tambahkan 20 ml asam asetat glasial dan panaskan pada suhu 65°-70°C di atas penangas air (tidak boleh lebih dari 15 menit) sambil Erlenmeyer digoyang-goyangkan sehingga larut dengan sempurna kecuali malam (wax).
- Tambahkan 10 ml kloroform dan dinginkan pada suhu kamar selama 1/2 jam.
- Tambahkan 20 ml larutan wijs dan tutup serta diamkan tepat 1 jam sambil sewaktu-waktu digoyang-goyangkan.
- Tambahkan 10 ml KI 10%
- Segera titrasi dengan larutan tio sampai larutan menjadi kuning muda, tambahkan 5 ml larutan kanji dan lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang.
- Lakukan juga blanko.

- Perhitungan :

$$\text{Bilangan iod} = \frac{(b-a)N \times 12{,}69}{s(1-m)}$$

dimana :

b ml tio untuk blanko

a ml tio untuk contoh

N normalitet tio

s bobot contoh (g)

m kadar air contoh dinyatakan dalam desimal.

5.3 Bilangan asam

5.3.1 Prinsip

Titrasi larutan contoh dalam etanol dengan KOH Baku untuk menetralkan asam-asam dengan menggunakan indikator timol biru.

5.3.2 Bahan

- Etanol metanol = 95 : 5, netral
- Larutan KOH dalam 0,5 N etanol
- Indikator timol biru 0,04 % (dalam etanol : metanol = 95 : 5).

5.3.3 Peralatan

- Pelat uji tetes porselen
- Buret
- Neraca dengan ketelitian 0,1 mg
- Erlenmeyer 300 ml.

5.3.4 Persiapan contoh Lihat pasal 5.2.4.

5.3.5 Cara kerja

- Timbang dengan teliti ± 2 g contoh dalam Erlenmeyer, tambahkan 100 ml etanol : metanol = 95 : 5
- Larutkan contoh dengan menggoyangkan Erlenmeyer sampai sirlak larut, kemudian titrasi dengan cara sebagai berikut :

  (–) Tarik beberapa tetes larutan indikator timol biru dalam pelat uji tetes porselen

  (–) Titrasi larutan dengan 0,5 N KOH etanol dan tentukan titik akhir titrasi dengan

meneteskan larutan menggunakan batang pengaduk ke pelat uji tetes yang berisi indikator

(–) Titik akhir titrasi dicapai bila terjadi warna biru.

- Perhitungan :

$$\text{Bilangan asam} = \frac{a \times N \times 56{,}1}{s(1-m)}$$

dimana :

a ml larutan KOH dalam etano

N normalitet KOH dalam etanol

s bobot contoh (g)

m kadar air contoh.

5.4 Kadar bagian tak larut dalam etanol

5.4.1 Prinsip

Ekstraksi etanol 95 % dan penimbangan bahan yang tidak larut.

5.4.2 Bahan

Etanol 95 %.

5.4.3 Peralatan

- Peralatan ekstraksi (lihat Gambar 1)
- Gelas piala 200 ml
- Tabung penyaring
- Penangas air
- Neraca dengan ketelitian 0,1 mg
- Hull
- Eksikator.

5.4.4 Cara persiapan contoh

Lihat pasal 5.2.4.

5.4.5 Cara kerja

- Timbang dengan teliti 5 ± 0,2 g contoh, masukkan ke dalam gelas piala dan tambahkan 125 ml etanol 95% kemudian tutup dengan kaca arloji

- Taruh dalam penangas air pada suhu minimum 90 °C dan didihkan selama 30 menit
- Saring larutan dengan tabung penyaring yang telah diisi dengan hull yang telah diketahui beratnya, penyaringan dilakukan dalam penangas air
- Bilas gelas piala dan tabung penyaring dengan etanol panas
- Hull yang berisi tak larut dimasukkan ke peralatan ekstraksi
- Lakukan ekstraksi dengan etanol 95% selama 1 jam (30 siklus)
- Masukkan hull yang berisi bahan yang tidak larut ke dalam botol timbang yang telah diketahui beratnya, kemudian dikeringkan dalam lemari pengering pada suhu 100 ± 2 °C selama 2 jam
- Dinginkan dalam eksikator dan timbang sampai bobot tetap.
- Perhitungan :

$$\text{Kadar bagian tak larut dalam etanol} = \frac{a-b}{a(1-m)} \times 100\%$$

di mana :

a bobot hull + contoh (g)

b bobot hull (g)

s bobot contoh (g)

m kadar air contoh

5.5 Kadar bagian yang larut dalam air

5.5.1 Prinsip

Peralatan contoh dengan air kemudian disaring, hasil saringannya diuapkan dan residu ditimbang.

5.5.2 Peralatan

- Gelas piala 400 ml
- Pinggan penguap 100 ml
- Labu ukur 250 ml.

5.5.3 Persiapan contoh Lihat pasal 5.2.4.

5.5.4 Cara kerja

- Timbang dengan teliti ± 20 g contoh dan masukkan ke dalam gelas piala
- Tambahkan 200 ml air dan aduk dengan batang pengaduk, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji dan biarkan selama 4 jam sambil sewaktu-waktu diaduk

- Saring larutan ke dalam labu ukur dan bilas kertas aring beserta isinya dan encerkan sampai tanda batas
- Pindahkan 50 ml hasil saringan ke dalam pinggan penguapan yang telah diketahui bobotnya.
- Uapkan hasil saringan sampai kering di atas penangas uap satu jam.
- Keringkan di lemari pengering pada suhu 100 – 2 °C selama satu jam.
- Dinginkan dan timbang sampai bobot tetap.
- Perhitungan:

$$\text{Kadar bagian yang larut dalam air} = \frac{250}{50\,s(1-m)} \times 100\%$$

dimana :

250 bobot residu (g)

s bobot contoh (g)

m kadar air contoh.

5.6 Indeks warna

5.6.1 Prinsip

Perbandingan warna antara warna larutan sirlak dalam etanol dengan standar warna Gardner.

5.6.2 Bahan

Etanol – metanol = 95 : 5

5.6.3 Peralatan

- Labu tertutup 250 ml
- Hellige Color Comparator
- Neraca dengan ketelitian 0,1 mg.

5.6.4 Persiapan

Lihat pasal 5.2.4.

5.6.5 Cara kerja

- Timbang dengan tepat 10,0 g contoh dan masukkan ke dalam labu, kemudian tambahkan 100 ml etanol : metanol = 95 : 5
- Aduk sampai sempurna selama 30 menit

- Saring larutan dengan kertas Baring medium, buang hasil saringan pertama sebanyak 15 ml kemudian kumpulkan 15 ml hasil saringan yang jernih.
- Tuangkan ± 5 ml larutan ke dalam tabung Comparatore
- Bandingkan warna contoh terhadap warna Gardner dengan menggunakan *Hellige Color Comporator* sampai warna sama atau mendekati.

5.7 Rosin

5.7.1 Prinsip

Ekstraksi dengan eter minyak tanah dan uji dengan reaksi brom.

5.7.2 Bahan

- Etanol absolut atau asam asetat glasial
- Eter minyak tanah, t.d < 80°C
- Larutan A; phenol : CCl_4 = 1 : 2
- Larutan B; Br2 : CCl_4 = 1 : 4 .

5.7.3 Peralatan

- Erlenmeyer 250 ml
- Corong pemisah 500 ml
- Pinggan penguap
- Penangas air
- Pelat uji tetes porselen.

5.7.4 Persiapan contoh

Lihat butir.5.2.4.

5.7.5 Cara kerja

- Timbang ± 2 g contoh dan masukkan ke dalam Erlenmeyer
- Tambahkan 10 ml etanol atau asam asetat glasial dan aduk sampai larut sempurna
- Kemudian tambahkan perlahan-lahan 50 ml eter minyak tanah sambil diaduk
- Tambahkan 50 ml air dengan cara yang sama dan tuangkan ke corong pemisah, kemudian diamkan sampai lapisan eter terpisah
- Keluarkan lapisan air, cuci lapisan eter minyak tanah dengan air, kemudian Baring eter minyak tanah ke dalam pinggan penguap
- Uapkan sampai kering di atas penanagas air

- Tambahkan 1 – 2 ml larutan A ke pinggan dan tuangkan campuran ke dalam salah satu lubang pelat uji tetes porselen
- Tuangkan larutan B ke lubang pelat uji tetes porselen
- Tutup ke dua lubang dengan kaca arloji
- Warna ungu yang ada di atas permukaan larutan akibat uap brom menunjukkan adanya rosin.

5.8 Kopal

5.8.1 Prinsip

Melarutkan contoh dengan campuran etanol metanol dan mengendapkannya dalam metanol.

5.8.2 Bahan

- Etanol : metanol = 95 : 5 Metanol 99 %

5.8.3 Peralatan

- Erlenmeyer
- Corong
- Tabung reaksi (15 x 2) cm

5.8.4 Persiapan Contoh Lihat pasal 5.2.4

5.8.5 Cara kerja

- Timbang dengan teliti ± 15 g contoh dan masukkan ke dalam Erlenmeyer
- Tambah 30 ml etanol : metanol = 95 : 5, dan tutup Erlenmeyer kemudian goyang-goyangkan sampai larut semurna
- Saring larutan, buang 5 ml cairan hasil saringan pertama dan pindahkan 10 ml hasil saringan berikutnya ke dalam tabung. reaksi (15 x 2) cm dan isi dengan metanol sampai hampir penuh
- Tutup tabung dan aduk isinya
- Adanya kekeruhan atau endapan menunjukkan adanya kopal.

5.9 Kadar malam (wax)

5.9.1 Prinsip

Melarutkan dengan larutan Na_2CO_3 panas, malam (wax) dipisahkan dengan penyaringan kemudian diekstrak dengan kloroform dan ditimbang sesudah pengeringan.

5.9.2 Bahan

- Na_2CO_3 anhidrat
- Kloroform p.a
- Kertas saring bubuk
- Etanol : metanol = 95 : 5

5.9.3 Peralatan

- Peralatan ekstraksi (lihat gambar 1).
- Corong Buchner
- Pompa isap
- Gelas piala tinggi 200 ml.

5.9.4 Persiapan contoh Lihat pasal 5.2.4.

5.9.5 Cara kerja

- Timbang dengan teliti ± 10 g contoh dan masukkan ke dalam gelas piala.
- Larutkan dengan larutan Na_2CO_3 panas (2,5 g dalam 150 ml air panas).
- Celupkan gelas piala ke dalam penangas air yang mendidih dan aduk sampai sirlak larut
- Tutup gelas piala dengan kaca arloji dan diamkan dalam penangas selama 2 – 3 jam
- Keluarkan gelas piala dan tempatkan dalam air dingin, sehingga malam (wax) berada di bagian atas larutan
- Tambahkan ± 0,5 gram kertas saring bubuk dan saring melalui corong Buchner dengan bantuan pompa isap
- Pindahkan semua larutan dan malam (wax) secara kwantitatip lalu bilas dengan air, terakhir dengan beberapa ml etanol
- Letakkan corong dalam lemari pengering pada suhu 60 ± 2 ^{o}C selama bebeberapa jam sampai kering
- Keluarkan kertas saring beserta isinya dan lipat, kemudian masukkan ke dalam hull.
- Lakukan ekstraksi dengan kloroform panas selama 2 jam, sebelumnya labu ekstraksi ditimbang sampai konstan
- Uapkan sisa-sisa kloroform dan panaskan dalam lemari pengering pada suhu 105 ± 20 ^{o}C. Dinginkan dalam eksikator timbang sampai bobot tetap.
- Perhitungan :

$$\text{Kadar malam (wax)} = \frac{r}{s(1-m)} \times 100\%$$

dimana :

r bobot malam (wax)

s bobot contoh (g)

m kadar air contoh

5.10 Kadar Orpimen (As_2S_3)

5.10.1 Prinsip

Melarutkan bagian yang tak larut dalam etanol dengan HNO3 dan 1-12504, panaskan garam fero menyebabkan pemisahan dari unsur-unsur lain secara penyulingan.

5.10.2 Bahan

- NH_4 p.a
- CS_2 p.a
- CCl_4 p.a
- Etanol : metanol = 95 : 5
- $FeSO_4$ atau FeSO4(NH_4)2SO_4
- HCl p.a
- H_2O_2 30 %
- H_2S
- HNO_3 p.a
- H_2SO_4 p.a.

5.10.3 Peralatan

- Kertas saring bebas abu, perositas sedang
- Tabung penyaring
- Penangas air
- Cawan Gooch
- Labu Kjeldahl 300 ml; 500 ml yang dilengkapi dengan peralatan (lihat Gambar 2).

5.10.4 Persiapan contoh Lihat pasal 5.2.4.

5.10.5 Cara kerja

- Timbang dengan teliti 50 g contoh dan masukkan ke dalam labu Kjeldahl Tambah 450 ml etanol dan panaskan di dalam penangas air sampai sirlak larut sempurna
- Keluarkan dan tunggu sampai bagian yang tak larut mengendap
- Saring larutan dengan tabung penyaring dalam penangas air
- Cuci bagian yang tak larut dalam labu dengan 4 x 50 ml etanol panas dan masukkan setiap larutan cucian ke dalam tabung penyaring dan juga endapannya.
- Bilas endapan dengan 50 ml etanol panas kemudian tuangkan 250 ml CCl_4 panas.

KETERANGAN Selama penyaringan, tabung penyaring dalam keadaan tertutup, kecuali waktu menuangkan.

- Pindahkan kertas saring beserta isinya ke dalam labu Kjeldhal
- Tambah 2,5 ml HNO_3 dan panaskan perlahan-lahan selama 20 menit
- Dinginkan, kemudian tambahkan 25 ml H_2SO_4 dan panaskan perlahanlahan sampai semua uap "nitrous" ke luar
- Naikkan suhu pemanasan sampai uap SO_3 terjadi.
- Bila menjadi arang (hitam), dinginkan labu sampai suhu kamar. Bilas bagian dalam labu dengan sedikit air dan tambahkan 3 – 4 ml H_2O_2 dengan hati-hati
- Panaskan sampai uap SO_3 terjadi dan jika warna mula-mula timbul kembali, ulang perlakuan dengan H_2O_2 dan panaskan sampai diperoleh larutan jernih
- Tuangkan larutan jernih ke dalam labu Kjeldahl 300 ml, bilas labu dengan sedikit air sampai volume larutan dan pencuci antara 125 – 150 ml.
- Panaskan larutan sampai mendidih dan uapkan sampai uap HNO_3 dan H_2O_2 ke luar semua
- Tambahkan 20 g $FeSO_4$ atau $FeSO_4$ $(NH_4)_2$ SO_4 ke dalam labu dan hubungkan labu dengan alat penyulingan
- Tempatkan 50 ml air dalam gelas piala sebagai penampung, alirkan gas H_2S di dalam gelas penampung tersebut
- Masukkan 50 ml HCl ke dalam corong pemisah dan atur sampai larutan asam mengalir perlahan-lahan
- Panaskan perlahan-lahan sampai mendidih
- Segera penyulingan dimulai, endapan orpimen yang berwarna kuning akan terlihat dalam gelas penampung

- Hentikan penyulingan bila terjadi letupan-letupan
- Ambil gelas penampung dan api matikan, ganti dengan gelas penampung yang lain, tambahkan 50 ml HCl ke dalam corong pemisah dan biarkan mengalir perlahan-lahan
- Ulangi penyulingan seperti di atas
- Jika penyulingan telah selesai, turunkan gelas penampung dan bilas bagian luar pendingin dengan air dan jika orpimen menempel pada dinding pendingin cuci dengan sedikit NH_4OH, masukkan ke dalam penampung dan kemudian bilas dengan air. Uji sampai gelas penampung bersifat asam (tambahkan asam bila perlu) dan alirkan H_2S beberapa menit
- Saring isi ke-2 gelas piala melalui cawan Gooch yang telah diketahui bobotnya dan cuci endapan dari tiap-tiap gelas piala sambil dituangkan ke dalam cawan dengan aliran air panas
- Kemudian cuci gelas piala dengan 2 x 25 ml etanol dan cuci dengan 2 x 50 ml CS_2 panas (sampai semua belerang larut) dan setiap kali pencucian saring melalui cawan Gooch tadi
- Keringkan cawan dan isinya pada suhu 105 – 2 ^{o}C selama 2 jam
- Dinginkan dalam eksikator dan timbang sampai bobot tetap
- Lakukan pengerjaan blangko.
- Perhitungan :

$$\text{Kadar Orpimen } (As_2S_3) = \frac{a-b}{as(1-m)} x100\%$$

di mana :

a	bobot residu dari contoh (g)
b	bobot residu dari blangko (g)
s	bobot contoh (g)
m	kadar air contoh.

5.11 Kadar abu

5.11.1 Prinsip

Pembakaran sampai bebas karbon dan sisa pembakaran ditimbang sampai bobot tetap.

5.11.2 Peralatan

- Cawan porselen
- Neraca dengan ketelitian 0,1 mg
- Eksikator

5.11.3 Persiapan contoh Lihat pasal 5.2.4

5.11.4 Cara kerja

- Timbang dengan teliti ± 3 g contoh dalam cawan porselen yang telah di ketahui bobotnya
- Bakar mula-mula pada panas yang rendah sampai menjadi arang, kemudian lanjutkan pemanasan sampai abu bebas karbon
- Jika abu bebas karbon sukar diperoleh, tambahkan air dan panaskan perlahan-lahan sambil abu dihancurkan selama 5 – 10 menit
- Saring melalui kertas saring bebas abu dan cuci cawan dengan aliran. air panas
- Pindahkan kertas saring yang berisi residu ke cawan bakar sampai menjadi abu
- Tambahkan hasil saringan ke cawan dan uapkan sampai kering dengan api kecil atau di atas pelat panas
- Akhirnya panaskan sampai abu bebas karbon
- Dinginkan dalam eksikator dan timbang sampai bobot tetap.
- Perhitungan:

$$\text{Kadar abu} = \frac{w_1}{w(1-m)} x100\%$$

w_1 bobot abu (g)

w bobot contoh (g)

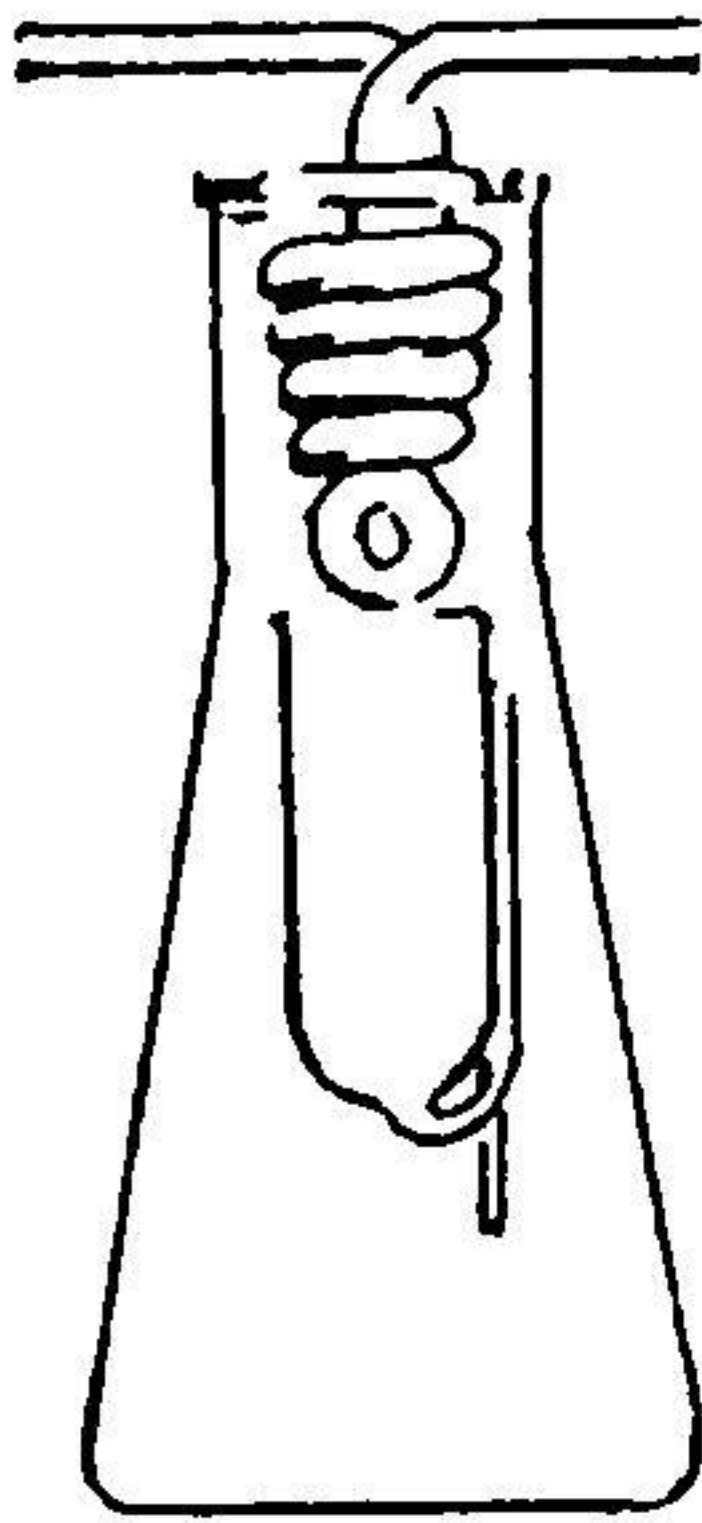
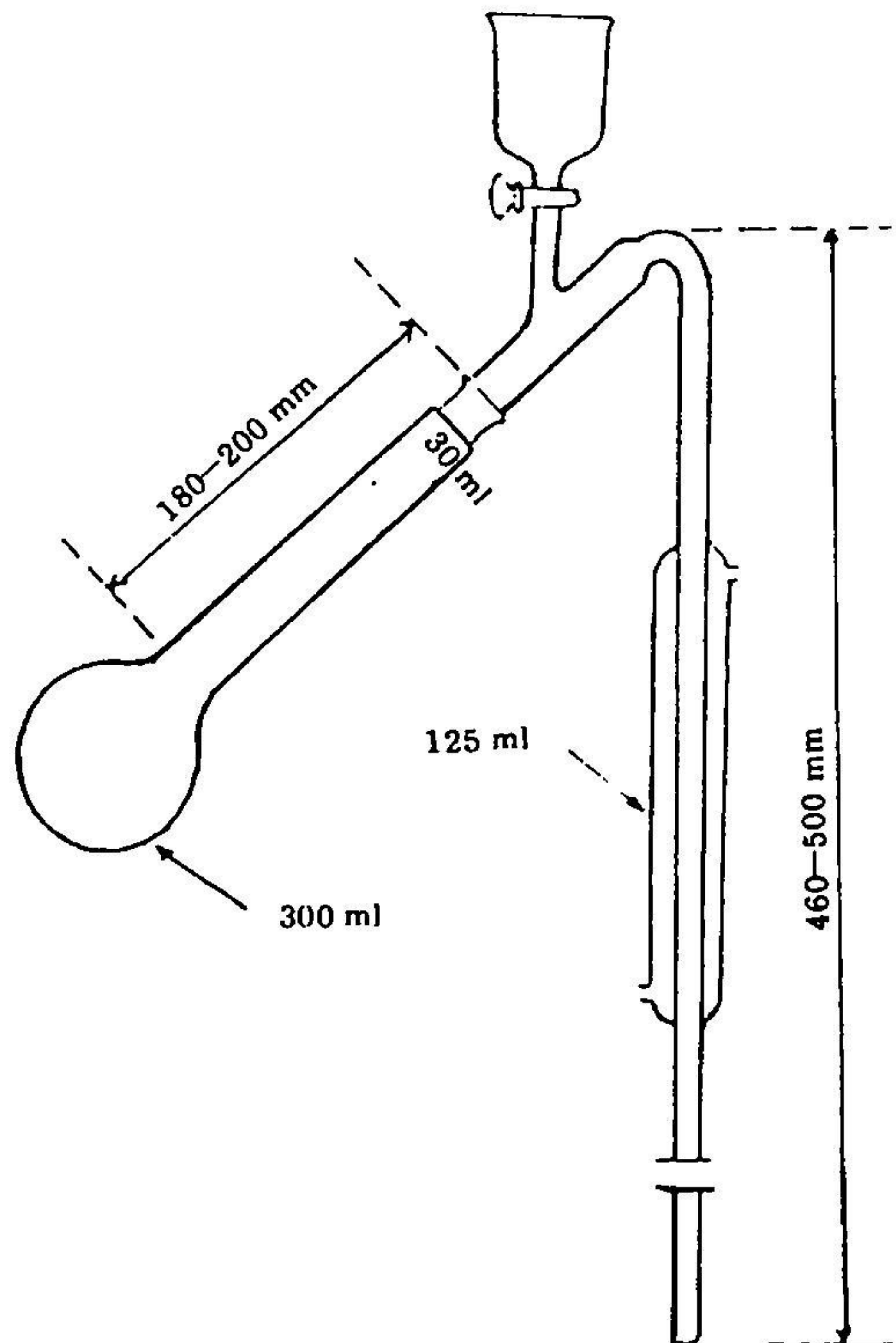
m kadar air contoh.

6 Syarat penandaan

Kemasan harus diberi tanda-tanda :

- Nama komoditi
- Merk dan lambang
- Nama pabrik pembuat
- Bobot bersih
- Tanda-tanda pengawasan produksi.

7 Cara pengemasan

Sirlak serpih harus berada dalam kemasan yang dapat menjamin terhadap mutu dalam penyimpanan maupun dalam pengiriman.

Gambar 1 – Alat ekstrasi

Gambar 2 – Alat penentuan orpimen